

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2002-173661

(P2002-173661A)

(43)公開日 平成14年6月21日(2002.6.21)

(51)Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テマコード(参考)
C 0 9 J 183/07		C 0 9 J 183/07	2 H 0 3 6
183/05		183/05	2 H 0 4 3
183/08		183/08	2 H 0 4 7
G 0 2 B 5/18		G 0 2 B 5/18	2 H 0 4 9
6/00	3 0 6	6/00	3 0 6 4 J 0 4 0

審査請求 未請求 請求項の数16 O.L (全14頁) 最終頁に続く

(21)出願番号 特願2001-275920(P2001-275920)

(71)出願人 000004008

日本板硝子株式会社

大阪府大阪市中央区北浜四丁目7番28号

(22)出願日 平成13年9月12日(2001.9.12)

(72)発明者 中村 浩一郎

大阪市中央区道修町3丁目5番11号 日本
板硝子株式会社内

(31)優先権主張番号 特願2000-277995(P2000-277995)

(72)発明者 堀 雅宏

大阪市中央区道修町3丁目5番11号 日本
板硝子株式会社内

(32)優先日 平成12年9月13日(2000.9.13)

(74)代理人 100069084

弁理士 大野 精市

(33)優先権主張国 日本 (JP)

最終頁に続く

(54)【発明の名称】接着剤組成物およびそれを用いた光学装置

(57)【要約】

【課題】 耐熱性にすぐれ、硬化における泡の発生を減じ、泡などによる白濁などの欠点を生じない接着剤を提供する。

【解決手段】 (A)分子中にケイ素原子に結合した炭素数が4以下のアルケン基を2個有し、1000以上の分子量を有するオルガノシリコサン、(B)分子中にケイ素原子に結合した水素原子を少なくとも2個有しあつ1000以上の分子量を有するオルガノハイドロシリコサン、(C)白金系触媒、ならびに、(D)1分子中にケイ素原子に結合した炭素数が4以下のアルケン基を少なくとも3個有しあつ1000未満の分子量を有する有機ケイ素化合物、または1分子中にケイ素原子に結合した水素原子を少なくとも3個有しあつ1200未満の分子量を有する有機環状ケイ素化合物を含有する接着剤組成物。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 下記の成分(A)、(B)、(C)および(D)を含有する接着剤組成物。

(A) ケイ素原子に結合した炭素数が4以下のアルケニル基を1分子中に2個有しつつ1,000以上の分子量を有するオルガノポリシロキサン、(B) ケイ素原子に結合した水素原子を1分子中に少なくとも2個有しつつ1,000以上の分子量を有するオルガノハイドロジエンポリシロキサン、(C) 白金系触媒、ならびに(D) ケイ素原子に結合した炭素数が4以下のアルケニル基を1分子中に少なくとも3個有しつつ1,000未満の分子量を有する有機ケイ素化合物(D-1)およびケイ素原子に結合した水素原子を1分子中に少なくとも3個有しつつ1,200未満の分子量を有する有機環状ケイ素化合物(D-2)よりなる群から選ばれる少なくとも一方。

【請求項2】 前記(A)成分含有量中のアルケニル基および前記(D-1)成分含有量中のアルケニル基の合計総個数に対して、0.4~6.0倍の個数の前記水素原子が前記(B)成分および前記(D-2)成分中に含有されており、そして前記(C)成分は、前記(A)成分、前記(B)成分および前記(D)成分の合計重量に対して、10~1,000 ppm含有されており、そして前記(D)成分は前記(A)成分および前記(B)成分の合計重量に対して、0.1~40重量%含有されている請求項1記載の接着剤組成物。

【請求項3】 前記(D)成分は3~8個のケイ素原子を有するオリゴマートリスである請求項1または2記載の接着剤組成物。

【請求項4】 前記(D-1)成分がボロンビニルジメチルシロキシド、ヘキサビニルジシロキサン、メタクリロキシプロビルトリス(ビニルジメチルシロキシ)シラン、オクタビニル-T8-シルセスキオサン、ペンタビニルペンタメチルシクロペンタシロキサン、テトラアリロキシシラン、テトラアリルシラン、テトラキス(2-メタクリロキシエトキシ)シラン、テトラキス(ビニルジメチルシロキシ)シラン、1,1,3,3-テトラビニルジメチルジシロキサン、テトラビニルシラン、1,3,5,7-テトラビニル-1,3,5,7-テトラメチルシクロテトラシラザン、1,3,5,7-テトラメチルシクロテトラシロキサン、トリス(ビニルジメチルシロキシ)メチルシラン、トリス(ビニルジメチルシロキシ)フェニルシラン*

$$\sqrt{(n_1 \cdot n_2) - ((\sqrt{(n_1 \cdot n_2)} - n_2) / 3)} - 0.05 \leq n_3 \leq \sqrt{(n_1 \cdot n_2) + ((n_1 - \sqrt{(n_1 \cdot n_2)}) / 3)} + 0.05$$

··· (1)

【請求項11】 互いに隣接する2個の前記光部品の屈折率がそれぞれn₁およびn₂ (ただし n₁ ≥ n₂) であるとき、前記2個の光部品の間の前記接着層が、下記式※

$$\sqrt{(n_1 \cdot n_2) - ((\sqrt{(n_1 \cdot n_2)} - n_2) / 4)} - 0.03 \leq n_3 \leq \sqrt{(n_1 \cdot n_2) + ((n_1 - \sqrt{(n_1 \cdot n_2)}) / 4)} + 0.03$$

··· (2)

* ラン、トリビニルクロロシラン、トリビニルエトキシラン、トリビニルメトキシシラン、トリビニルメチルシラン、1,3,5-トリビニル-1,1,3,5,5-ペンタメチルトリシロキサン、トリビニルシラン、1,3,5-トリビニル-1,3,5-トリメチルシクロトシリラザンまたは1,3,5-トリビニル-1,3,5-トリメチルシクロトリシロキサンである請求項1または2記載の接着剤組成物。

【請求項5】 前記(D-2)成分がヒドロ-T8-シルセスキオサン、オクタキス(ジメチルシロキシ)-T8-シルセスキオサン、メチルヒドロシクロシロキサン、ペンタメチルシクロペンタシロキサン、フェニルヒドロシクロシロキサン、1,3,5,7-テトラメチルシクロテトラシロキサン、1,3,5,7-テトラエチルシクロテトラシロキサンまたは1,3,5,7-テトラエチル-2,4,6,8-テトラメチルシクロテラシラザンである請求項1または2記載の接着剤組成物。

【請求項6】 前記(D-1)成分が1,3,5-トリビニル-1,3,5-トリメチルシクロトリシロキサンまたは1,3,5,7-テトラビニル-1,3,5,7-テトラメチルシクロテトラシロキサンであり、そして前記(D-2)成分が1,3,5,7-テトラエチルシクロテトラシロキサンまたは1,3,5,7-テトラメチルシクロテトラシロキサンである請求項1または2記載の接着剤組成物。

【請求項7】 前記(A)成分は、25°Cにおいて、100~250,000 cSの粘度を有する請求項1~6のいずれか1項に記載の接着剤組成物。

【請求項8】 請求項1~7のいずれか1項記載の接着剤組成物を用いて光部品を接合してなる光学装置。

【請求項9】 少なくとも2個の光学的に透明な光部品を、請求項1~7のいずれか1項記載の接着剤組成物を硬化させてなる光学的に透明な接着層で接着してなる光学装置であって、前記接着層の屈折率の値が前記少なくとも2個の光学的に透明な光部品の屈折率の値に近似するように調節されていることを特徴とする光学装置。

【請求項10】 互いに隣接する2個の前記光部品の屈折率がそれぞれn₁およびn₂ (ただし n₁ ≥ n₂) であるとき、前記2個の光部品の間の前記接着層は、下記式1で表される屈折率n₃を有する請求項9記載の光学装置。

【数1】

※2で表される屈折率n₃を有する請求項9記載の光学装置。

【数2】

【請求項12】 前記各光部品は、光ファイバ、レンズ、フィルタ、光導波路、回折格子または光アクティブ素子である請求項8～11のいずれか1項記載の光学装置。

【請求項13】 隣接する前記光部品の内の1個が光ファイバであり、他の1個がレンズ、フィルタまたは光導波路である請求項8～12のいずれか1項記載の光学装置。

【請求項14】 隣接する前記光部品の内の2個がともに光ファイバである請求項8～12のいずれか1項記載の光学装置。

【請求項15】 前記光部品はガラス、プラスチックス、金属または有機無機複合材からなる請求項8～14のいずれか1項記載の光学装置。

【請求項16】 前記各光部品はガラスからなる請求項8～14のいずれか1項記載の光学装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、接着剤組成物およびその硬化物である光学的に透明な接着層で光部品を接着してなる光学装置に関する。

【0002】

【従来の技術】 近年、インターネットの普及により、通信容量を増大させる技術の重要性が増している。これらの光ファイバ通信システムに用いられる光部品、光学素子の組立に用いられる接合技術については、高い信頼性とともに、精密な屈折率の整合性（光路接合用）、精密な位置精度（レンズなどの接合用）、高耐熱性（半田耐熱、真空成膜時の耐熱性）などの特性が必要とされている。これまで光部品の組立については、半田付け、レーザ溶接、アクリルやエポキシ樹脂などの有機接着剤が用いられたり、ゾルゲル法などによる有機無機複合材料による接着剤が提案されてきた。（i）Proceedings of the 48th ECTC, 1178頁～1185頁、1998年には、フッ素化あるいは硫黄含有のエポキシ接着剤、エポキシアクリル接着剤が提案されている。また（ii）Journal of Non-Crystalline Solids 80巻、557頁～563頁、1986年、あるいは（iii）Int'l. Congr. On Glass 4 29頁～436頁、1986年には、ゾルゲル法による有機無機接着剤について記載されている。（iv）特開昭62-297369（特許登録番号1829914）には、アルコキシドと金属塩から成るゾルゲル接着剤を用いた光学素子、（v）日本国特許登録番号2786996には、珪酸塩とアルコキシドからなる接着剤を用いたブリズムについて開示されている。更に（vi）米国特許5991493には有機無機複合接着剤、例えばポリジメチルシロキサン、メチルトリエトキシシランおよびフェニルトリフルオロシランからなるゾルを加水分解反応させた接着剤を用いた光学素子が開示されている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】 ところがこのような光部品用の接合技術や接着剤については、次のような問題点が挙げられていた。

【0004】 半田付け、レーザ溶接などの方法は、固定位置精度が不十分であったり、レーザ光源や高度な技術が必要であった。またエポキシ接着剤やアクリル接着剤（i）は、250℃以上の耐熱性（半田耐熱）に劣っていた。アルコキシドや金属塩を用いる接着剤（ii～v）は、加水分解反応で生じるアルコールや脱水反応で生成する水が加熱硬化の最中にガス化するため、レンズなどの光部品の接合で泡が残ったり、白濁したり、十分な接着が得られないという課題があった。

【0005】 本発明の目的は、上記のような不具合点を改善し、耐熱性にすぐれ、硬化における泡の発生を減じ、泡などによる白濁などの欠点を生じない、光部品の組立、接合に適用できる接着剤、およびそれを使用して光部品を接着してなる光学装置を提供することにある。

【0006】

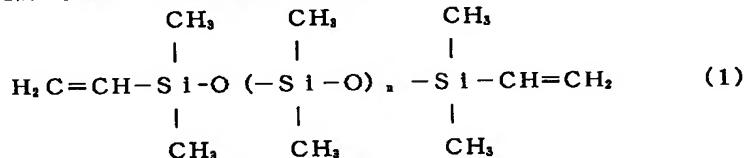
【課題を解決するための手段】 本発明は、下記（A）、（B）、（C）および（D）成分を含有する接着剤組成物である。

（A）ケイ素原子に結合した炭素数が4以下のアルケニル基を1分子中に2個有しかつ1,000以上の分子量を有するオルガノポリシロキサン、（B）ケイ素原子に結合した水素原子を1分子中に少なくとも2個有しかつ1,000以上の分子量を有するオルガノハイドロジエンポリシロキサン、（C）白金系触媒、ならびに

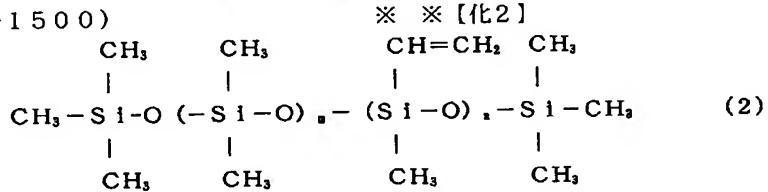
（D）ケイ素原子に結合した炭素数が4以下のアルケニル基を1分子中に少なくとも3個有しかつ1,000未満の分子量を有する有機ケイ素化合物（D-1）およびケイ素原子に結合した水素原子を1分子中に少なくとも3個有しかつ1,200未満の分子量を有する有機環状ケイ素化合物（D-2）よりなる群から選ばれた少なくとも一方。

【0007】 本発明の接着剤組成物について説明する。本発明の接着剤組成物を構成する（A）成分は分子中にアルケニル基を2個有するオルガノポリシロキサンであり、その各アルケニル基はケイ素原子に直接結合しそして4個以下の炭素を有する。（A）成分中のシロキサン骨格は直鎖状、分枝状または環状のいずれでもよく、これらの混合物であってもよい。炭素数が4以下のアルケニル基としては、例えばビニル基、ビニロキシ基、アリル基、アリロキシ基、アクリル基、アクリロキシ基、メタクリル基、メタクリロキシ基、1-ブテニル基などが合成の容易さから、好ましく、この中でもビニル基がより好ましい。アルケニル基以外のケイ素原子に結合する置換基としては、例えばメチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、ヘキシル基、ドデシル基などのアルキル基、フェニル基などのアリール基、2-フェニルエチル

基、2-フェニルプロピル基などのアラルキル基、クロロメチル基、3, 3, 3-トリフルオロプロピル基などの置換炭化水素基などが挙げられる。これらは単独であるいは2種以上組み合わせて使用される。これらのうち、合成が容易で、硬化後に必要な物理的・機械的特性を得るための重合度が容易に得られること、耐熱性が得られること、屈折率が調節できることなどの観点から、メチル基、フェニル基および3, 3, 3-トリフルオロプロピル基よりなる群から選ばれる少なくとも1種の置換基を有することが好ましい。前記(A)成分は、付加反応型の硬化性ポリオルガノシロキサンのベースポリマーとなるものであり、(A)成分中のケイ素原子に結合する全有機基のうち、0.04モル%以上がアルケニル基であることが好ましい。(A)成分の粘度は特に限定されないが、25°Cにおいて100cS以上であることが好ましい。また硬化前に流動性が必要な場合について*

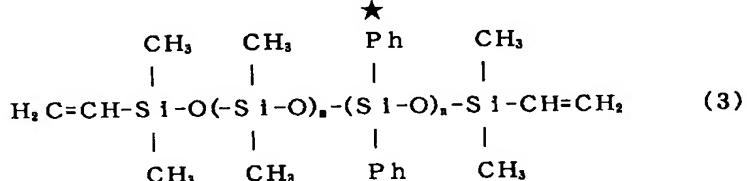


(ここでnは11~1500)

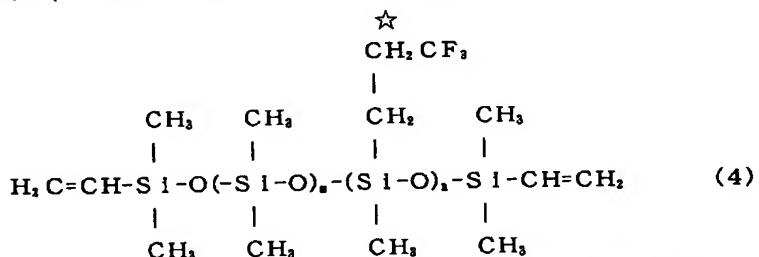


(ここでm=9~300, n=2)

【0010】



(ここでm=2~150, n=2~300, Ph=フェニル)



(ここでm=2~300, n=2~150)

【0011】本発明に用いられる(B)成分のポリオルガノハイドロジェンシロキサンは、(A)成分のアルケニル基を含有するポリオルガノシロキサンとの付加反応により、接着層を構成する基本骨格を形成するために必要なもので、1分子当たりケイ素原子に結合した水素原子を少なくとも2個有し、かつ1000以上の分子量を

*は、250,000cS以下であることが好ましい。また前記(A)成分はその分子量が小さ過ぎると、粘性が低くなつて塗布性が悪くなるので、1000以上の分子量を有する。好ましくは2000以上の分子量を有し、更に好ましくは5000以上の分子量を有する。

【0008】(A)成分としては、例えば下記式1で表される両末端ビニル基のジメチルシロキサンポリマー、下記式(2)で表されるビニルメチルシロキサン-ジメチルシロキサンコポリマー、下記式(3)で表される両末端ビニル基ジフェニルシロキサン-ジメチルシロキサンコポリマー、下記式(4)で表される両末端ビニル基メチルトリメチルプロピルシロキサンジメチルシロキサンを挙げることができる。

【0009】

【化1】

CH₃

CH₃

CH₃

(1)

※※【化2】

CH=CH₂

CH₃

CH₃

(2)

★【化3】

★

CH₂CF₃

|

CH₃

CH₃

CH₂

CH₃

(3)

★【化4】

CH₂CF₃

|

CH₃

CH₃

CH₂

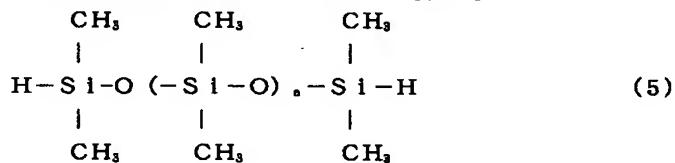
CH₃

(4)

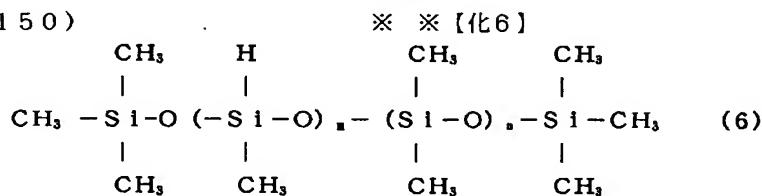
有する有機ケイ素化合物である。直鎖状ケイ素化合物が好ましく用いられる。(B)成分中の、水素原子以外にケイ素原子に結合する有機基は、例えばメチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、ヘキシル基、ドデシル基などのアルキル基、フェニル基などのアリール基、2-フェニルエチル基、2-フェニルプロピル基などのアラルキル基、クロロメチル基、3, 3, 3-トリフルオロ

プロピル基などの置換炭化水素基などが挙げられる。これらは単独あるいは2種以上組み合わせて用いられる。これらのうち、合成が容易で、硬化後に必要な物理的・機械的特性を得るために重合度が容易に得られること、耐熱性を有すること、屈折率を調節できることなどの観点から、メチル基、フェニル基、3, 3, 3-トリフルオロプロピル基よりなる群から選ばれる少なくとも1種の置換基を有することが好ましい。また前記(B)成分はその分子量が小さ過ぎると、粘性が低くなつて塗布性が悪くなるので、1000以上の分子量を有する。

【0012】(B)成分としては、例えば下記式(5)*

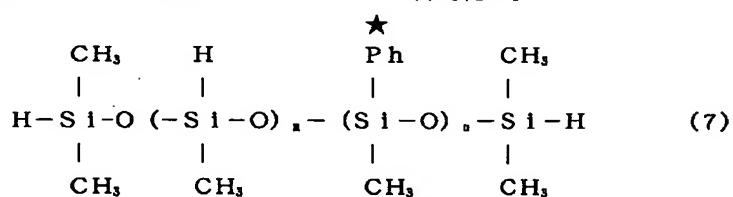


(ここでn=11~150)

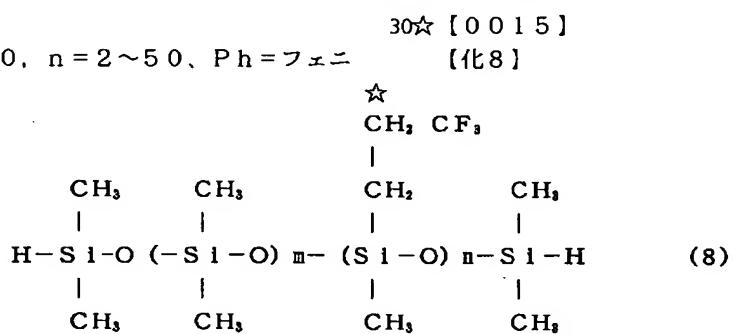


(ここでm=2~200, n=2~200)

【0014】



(ここでm=2~100, n=2~50, Ph=フェニル)



(ここでm=2~100, n=2~50)

【0016】本発明の接着剤組成物に用いられる白金系触媒((C)成分)としては、例えば白金-シロキサン錯体、白金-オレフィン錯体、白金-(β -ジケトン)錯体、白金-アゾ錯体などを挙げることができる。具体的には、白金カルボニルビニルメチル錯体、白金-ジビニルテトラメチルジシロキサン錯体、白金-シクロビニルメチルシロキサン錯体、白金-オクチルアルデヒド/オクタノール錯体などが好ましく用いられる。白金系触媒の添加量は、(A)成分、(B)成分および(D)成分の合計重量に対して、10~1000ppm

8

*に示すH末端ポリジメチルシロキサン化合物、下記式(6)で示されるメチルHシロキサン-ジメチルシロキサンコポリマー化合物、下記式(7)で示されるポリフェニル(ジメチルHシロキサン)シロキサンH末端化合物、下記式(8)で示されるメチルトリフロオロプロピルシロキサン(ジメチルシロキサン)コポリマー、ポリメチルHシロキサン化合物、ポリエチルHシロキサン化合物、メチルHシロキサン-フェニルメチルシロキサンコポリマー化合物などが挙げられる。

【0013】

【化5】

★【化7】

30★【0015】

【化8】

★

$\text{CH}_3 \text{---} \text{C}(\text{F})_3$

|

CH_2

|

CH_3

|

有することが必要である。この反応活性点とは、共有結合、配位結合、イオン結合、 $\pi-\pi$ 結合、双極子-双極子結合などの結合を提供できる部位のことを示す。これらの中でも、成分(A)と成分(B)の反応部位である、アルケニル基、水素原子と反応する部位を有することが好ましい。(D)成分は、ケイ素原子に結合した炭素数が4以下のアルケニル基を1分子中に少なくとも3個有しかつ1000未満の分子量を有する有機ケイ素化合物(D-1)およびケイ素原子に結合した水素原子を1分子中に少なくとも3個有しかつ1200未満の分子量を有する有機環状ケイ素化合物(D-2)の少なくとも一方からなる。これらは優れた耐熱性を有する。

(D)成分はその分子量が大き過ぎると、粘性が高くなつて、塗布性が悪くなるので、(D-1)成分および(D-2)は、それぞれ1000未満の分子量および1200未満の分子量を有する。好ましくは、(D-1)成分および(D-2)は、それぞれ700以下の分子量および1100以下の分子量を有する。(D)成分が(D-1)成分である場合、(D-1)成分中の各アルケニル基は少なくとも3分子の(B)成分中の1つの水素原子と反応して結合し、接着層の内部で3次元的なネットワークを形成するかなめとなる。(D)成分が(D-2)成分である場合も同様に、(D-2)成分中の各水素原子は少なくとも3分子の(A)成分中の1つのアルケニル基と反応して結合する。

【0018】(D-1)成分としては、例えばそれぞれ1分子にアルケニル基を3個以上含有する、シロキサン化合物、シラン化合物、シラザン化合物を挙げることができる。3個のビニル基を有しかつ1000未満の分子量を有するものとして、例えばトリス(ビニルジメチルシロキシ)メチルシラン(分子量:346.72)、トリス(ビニルジメチルシロキシ)フェニルシラン(分子量:408.78)、トリビニルクロロシラン(分子量:144.67)、トリビニルエトキシシラン(分子量:154.37)、トリビニルメトキシシラン(分子量:140.25)、トリビニルメチルシラン(分子量:124.26)、1,3,5-トリビニル-1,1,3,5,5-ペンタメチルトリシロキサン(分子量:272.57)、トリビニルシラン(分子量:110.22)、1,3,5-トリビニル-1,3,5-トリメチルシクロトリシロキサン(分子量:255.54)、1,3,5-トリビニル-1,3,5-トリメチルシクロトリシロキサン(分子量:258.50)、メタクリロキシプロビルトリス(ビニルジメチルシロキシ)シラン(分子量:458.85)およびボロンビニルジメチルシロキシド(分子量:314.41);4個以上のビニル基を有しかつ1000未満の分子量を有するものとして、例えばテトラキス(ビニルジメチルシロキシ)シラン(分子量:432.88)、1,1,3,3-テトラビニルジメチルジシロキサン(分子量:34

0.72)、テトラビニルシラン(分子量:136.27)、1,3,5,7-テトラビニル-1,3,5,7-テトラメチルシクロテトラシラザン(分子量:340.72)、1,3,5,7-テトラビニル-1,3,5,7-テトラメチルシクロテトラシロキサン(分子量:344.66)、オクタビニル-T8-シルセスキオサン(分子量:633.04)、ペンタビニルペンタメチルシクロベンタシロキサン(分子量:430.82)およびヘキサビニルジシロキサン(分子量:234.45);3個以上のアリル基、アリロキシ基またはメタクリロキシ基を有しかつ1000未満の分子量を有するものとして、例えばテトラアリロキシシラン(分子量:256.37)、テトラアリルシラン(分子量:192.37)およびテトラキス(2-メタクリロキシエトキシ)シラン(分子量:544.66)をそれぞれ挙げることができる。

【0019】(D-2)成分としては、それぞれ1分子に活性水素原子を3個以上含有する環状シロキサン化合物および環状シラザン化合物を挙げることができる。例えば、ヒドロ-T8-シルセスキオキサン(分子量424.74、水素数8個)、オクタキス(ジメチルシロキシ)-T8-シルセスキオキサン(分子量1017.98、水素数8個)、メチルヒドロシクロシロキサン(分子量240~360、水素数3~5個)、ペンタメチルシクロベンタシロキサン(分子量300.64、水素数5個)、フェニルヒドロシクロシロキサン(分子量366.58~488.78、水素数3~4個)、テトラエチルシクロテトラシロキサン(分子量296.61、水素数4個)、1,3,5,7-テトラエチル-2,4,6,8-テトラメチルシクロテトラシラザン(分子量348.78、水素数4個)、1,3,5,7-テトラメチルシクロテトラシロキサン(分子量240.51、水素数4個)、1,3,5-トリメチルシクロトリシロキサン(分子量180.38、水素数3)を挙げることができる。なお括弧の中の水素数はケイ素に結合した水素原子の数を示す。

【0020】これらの(D)成分の含有率は、(A)成分および(B)成分の合計量に対して、0.1重量%から40重量%であることが接着層の機械的強度および耐環境成を向上させるために好ましく、0.5重量%から25重量%であることが更に好ましい。

【0021】また接着剤組成物中の(A)成分、(B)成分、(D-1)成分、および(D-2)成分の含有量は、前記(A)成分含有量中のアルケニル基および前記(D-1)成分含有量中のアルケニル基の合計総個数に対して、0.4~6.0倍、より好ましくは0.6~4.0倍の個数の前記水素原子が前記(B)成分および前記(D-2)成分中に含有されることが好ましい。

【0022】これらの(D)成分の中で、3~8個のケイ素原子を有するオリゴマーベーが、(1)上記(A)成

分、(B)成分および(C)成分との相溶性が良好であること、(2)沸点が高いので接着層内に泡が発生しにくくまた外部にガスを放出しにくいくこと、および(3)耐熱性が高いという理由で、好ましく用いられる。そして、(D-1)成分として、1, 3, 5-トリビニル-1, 3, 5-トリメチルシクロトリシロキサンおよび1, 3, 5, 7-テトラビニル-1, 3, 5, 7-テトラメチルシクロテトラシロキサンのような3~8個のケイ素原子を有する環状オリゴマーボードが特に好ましく用いられる。(D-2)成分として、1, 3, 5, 7-テトラエチルシクロテトラシロキサン(分子量296.6)、1, 3, 5, 7-テトラエチルシクロテトラシロキサンおよび1, 3, 5, 7-テトラメチルシクロテトラシロキサンのような3~8個のケイ素原子を有する環状オリゴマーボードが特に好ましく用いられる。

【0023】本発明の接着剤組成物を用いて接合する接着体としては、例えばガラス、プラスチック、金属などの無機材料、有機材料、有機無機複合材料のいづれについても接着性の向上した接着層を提供するが、あらかじめ接着剤組成物と接触する接着体の表面にプライマー層を形成しておいてもよい。プライマー層を形成することにより、界面剥離による接着性の低下を改善することができる。これらのプライマー層を形成する化合物としては、例えば1分子内に少なくとも1個の硫黄原子を有しつけイ素原子に結合したアルコキシ基を少なくとも2個有する含硫黄アルコキシラン化合物、1分子内に少な

$$\sqrt{(n_1 \cdot n_2)} - ((\sqrt{(n_1 \cdot n_2)} - n_2) / 3) - 0.05 \leq n_3 \leq \sqrt{(n_1 \cdot n_2)} + ((n_1 - \sqrt{(n_1 \cdot n_2)}) / 3) + 0.05 \\ \cdots (1)$$

【数4】

$$\sqrt{(n_1 \cdot n_2)} - ((\sqrt{(n_1 \cdot n_2)} - n_2) / 4) - 0.03 \leq n_3 \leq \sqrt{(n_1 \cdot n_2)} + ((n_1 - \sqrt{(n_1 \cdot n_2)}) / 4) + 0.03 \\ \cdots (2)$$

【0026】例えば、光ファイバ同士を接合する場合、各光ファイバのコアの屈折率を1.45とすれば、上記式(1)では、 $1.40 \leq n_3 \leq 1.50$ となり、上記式(2)では $1.42 \leq n_3 \leq 1.48$ となる。このように屈折率を整合することにより、光伝搬損失の少ない光学装置が得られる。また光ファイバの他の光部品、例えば、レンズ、フィルタ、光導波路、回折格子、光アクティブ素子についても、同様に屈折率を整合することにより、光伝搬損失の少ない光学装置が得られる。

【0027】次に本発明の光部品について説明する。本発明の対象となる光部品としては、例えば光ファイバ、レンズ、フィルタ、光導波路、回折格子、光アクティブ素子を挙げることができる。また光ファイバとしてはシングルモード光ファイバ、マルチモード光ファイバが挙げられる。レンズについては、屈折率分布レンズ、球面レンズ、非球面レンズ、平凸レンズなどを例示できる。光フィルタについては、誘電体多層膜からなる狭帯域フィルタ、バンドパスフィルタ、偏光フィルタなどを例示できる。光導波路については、シングルモード光導波

* くとも1個の窒素原子を有しつけイ素原子に結合したアルコキシ基を少なくとも2個有する含窒素アルコキシラン化合物、1分子内に少なくとも1個のエポキシ基を有しつけイ素原子に結合したアルコキシ基を少なくとも2個有する含エポキシアルコキシラン化合物などのシランカップリング剤およびそれらの加水分解・脱水縮合化合物を挙げることができる。

【0024】本発明の接着剤組成物は、機械的・物理的強度、耐環境性、耐熱性に優れた接着層を提供し、また10 ポリシロキサン骨格の有機基を選ぶことにより屈折率を調整できるため光部品の接合に好適に用いられる。2個以上の光部品の光路や光路以外の接合あるいは光部品とは異なる用途に用いることができる。

【0025】本発明の接着剤組成物が、2個以上の光部品の光路に使用される場合、前記(A)、(B)、(D)各成分の各含有量を、前記接着層の屈折率の値が前記少なくとも2個の光学的に透明な光部品の屈折率の値に近似するように調節することにより、結合損失の小さい光学装置を提供することができる。具体的には、互いに隣接する2個の前記光部品の屈折率がそれぞれ n_1 および n_2 （ただし $n_1 \geq n_2$ ）であるとき、その隣接する光部品の間の前記接着層が下記式(1)で表される屈折率 n_3 を有することが好ましい。更に好ましくは、この接着層が下記式(2)で表される屈折率 n_3 を有することが好ましい。

【数3】

路、マルチモード光導波路およびこれらの光導波路に、周期的に屈折率を変調させたブレグ回折格子を有するものを例示できる。これらの光部品を構成する材料としては、例えばガラス材料、プラスチック材料、金属、有機無機複合材料が挙げられる。

【0028】上記光部品を構成する材料は $1.5 \times 10^{-3} / ^\circ\text{C}$ 以下の線膨張率を有することが好ましい。基材の線膨張率が $1.5 \times 10^{-3} / ^\circ\text{C}$ を超えると、例えばポリプロピレン($9 \sim 15 \times 10^{-3} / ^\circ\text{C}$)のような高い熱膨張係数を有するプラスチックス製光部品の場合、接着剤付与後の加熱過程において光部品と接着層との界面で剥離したり、接着層に亀裂を生じることがあるからである。通常の無機ガラスは $1.5 \times 10^{-3} / ^\circ\text{C}$ 以下の線膨張率を有する。また光部品の少なくとも接着すべき表面は酸化物であることが好ましい。もしこの被接着表面が酸化物でない場合、接着層の成形過程において付着強度が下がり、場合によっては被接着表面と接着層が界面で剥離を生じるからである。好ましい基材の材質の例として、50 硅酸塩系ガラス、ホウ酸系ガラス、リン酸系ガラス等の

酸化物ガラス、石英、セラミックス、エポキシ樹脂、ガラス繊維強化ポリスチレンなどを挙げることができる。金属はそのままでは本発明の接着層で接合しないが、予め金属の表面を酸化剤で処理しておくと接合するので被接着部品として使用することができる。

【0029】これらの光部品を組み立てる場合、第1の光部品と第2の光部品の間に、光学的に透明な本発明の接着剤組成物を配置、充填、または展開した後、硬化させて所定の強度を有する結合部を形成することができる。接着剤の硬化については、硬化触媒の量を増やすことにより、数分で硬化する接着剤組成物が得られる。また、硬化触媒の量を減らすことにより、数時間のポットライフを有する接着剤組成物を得ることができる。また必要に応じて、加熱処理することにより、硬化時間を短縮することができる。また反応遮延剤、硬化促進剤などを必要に応じて、全量の40%以下、好ましくは30%以下添加してもよい。反応遮延剤、硬化促進剤を添加することにより、硬化時間を自由にコントロールできる。また補強剤を添加することにより、強度を向上することができる。補強剤としては、有機微粒子や無機微粒子が挙げられる。耐熱性の観点から無機微粒子が好ましい。無機微粒子としては、シリカ、チタニア、アルミナ、ジルコニア、セリア、炭酸カルシウムなどを例示できる。これらの補強剤の添加量は、40重量%以下が好ましく、20重量%以下がより好ましい。これらの補強剤の粒子径は、接着層の透明性を確保するために、1μm以下が好ましく、0.5μm以下がより好ましい。また添加する補強剤の屈折率は、マトリクスの屈折率と実質的に等しくすることが、透明性の観点から好ましい。

【0030】

【発明の実施の形態】[実施例]

[光部品]

(光ファイバ) ガラス製シングルモード光ファイバ(クラッド直径120μm、コア直径: 10μm、コアの屈折率: 1.46、クラッドの屈折率: 1.44)を用意した。

(レンズ) ガラス製マイクロレンズ(日本板硝子株式会社製「セルフォックマイクロレンズSMC18」、直径: 1.8mm、長さ: 4.43mm (0.23ピッチ、中心部の屈折率: 1.590、分布係数g = 0.326、1ピッチ (= 2π/g) = 19.27mm)を用意した。

(曲面レンズ) ガラス製マイクロレンズ(日本板硝子株式会社製「セルフォックマイクロレンズLBP20」、直径: 2.0mm、長さ: 約1.5mm (NA = 0.3)を用意した。

【0031】(フィルタ) 酸化ケイ素(屈折率: 1.46)、酸化チタン(屈折率: 2.1)をガラス基板(屈折率: 1.46)の片側表面に交互に積層したバンドバafiltaを用意した。

(光導波路) アクリロキシプロピルトリメトキシシランを0.1N塩酸で加水分解したシリカ原料液とジルコニウムテトラブトキシドを等モルのアクリル酸で処理したジルコニア原料を、SiとZrの比率が1:1になるように混合した液組成物に光ラジカル発生剤を総量に対して3重量%添加して光導波路形成用液を得た。これを8μmのシリカ膜を成膜したシリコン基板(その端部に光ファイバ固定用V字溝を形成してある)に、スピンドル法で塗布し、80°Cで10分熱処理した後、ホトマックスを介して高圧水銀ランプ(10mWで15秒)で導波路部分を露光した。未露光部分をイソプロパノールで溶解除去した。ケイ素とジルコニウムの比率が1.2:1になるように混合した液組成物をその上に塗布し、乾燥して、埋め込み型導波路を得た。

【0032】(導波路型回折格子) 上記光導波路に2光束干渉露光法によりラッカグレーティングを形成し、導波路型回折格子を得た。以上の光部品の関係部位の屈折率値を表1にまとめて示す。

【0033】[接着剤組成物の調製]

(A) 成分——末端ビニルポリジメチルシロキサン(粘度: 1,000cS、分子量: 28,000、「VPDMS」と略称)、およびビニル末端ジフェニルシロキサンジメチルシロキサンコポリマー(粘度: 5,000cS、分子量: 35,300「VDPHS-DMS」と略称)

(B) 成分——メチルHシロキサンジメチルシロキサンコポリマー(粘度: 25~35cS、分子量: 約2,000、「MHS-DMS」と略称)およびメチルトリフロオロプロピルシロキサン(ジメチルシロキサン)コポリマー(分子量: 約2,000、「MTFPS」と略称)

(C) 成分——白金-ジビニルテトラメチルジシロキサン錯体

(D-1) 成分——1,3,5,7-テトラビニル-1,3,5,7-テトラメチルシクロテトラシロキサン(分子量: 344.66、「TVTMSTS」と略称)、1,3,5-トリビニル-1,3,5-トリメチルトリシロキサン(分子量: 258.50、「TVTMTS」と略称)およびテトラアリロキシシラン(分子量: 256.37、「TAOS」と略称)

(D-2) 成分——1,3,5,7-テトラメチルシクロテトラシロキサン(分子量: 240.51、「TMSTS」と略称)および1,3,5,7-テトラエチル-2,4,6,8-テトラメチルシクロテトラシラザン(分子量: 348.78、「TETMSTS」と略称)

【0034】[実施例1~6および比較例1]以下の各成分を、表2に示すように、(A)成分含有量中のアルケニル基および前記(D-1)成分含有量中のアルケニル基の総個数に対して、0.4~6.0倍の個数の前記水素原子が前記(B)成分および前記(D-2)成分中に含有されるように、そして(A)~(D)成分の合計重量に対して、100ppmの重量の(C)成分を添加して

混合して接着剤組成物(N~U)を得た。

【0035】(接着強度その他の測定)上記接着剤組成物(N~U)を第1のスライドガラス(25mm×50mm×1.2mm)上に10mg滴下し、直ちに第2のスライドガラスをその上に重ねて接着剤組成物を25mm×25mmの広さに広げ、これを200°Cのホットプレート上で15分加熱して、第1と第2のスライドガラスの間の接着層の外観を観察して気泡の発生の有無および白濁の有無を調査した。また容積が3mlのガラス製サンプル瓶に1gの接着剤組成物を入れ、200°Cで30分間加熱処理して、加熱処理前後の体積を測定し、 $100 \times (\text{加熱前体積} - \text{加熱後体積}) / (\text{加熱前体積})$ で表される体積収縮率(%)を評価した。また上記接着剤組成物を上記と同様に2枚のスライドガラスの間で広げ、24時間室温で維持した後に表に示すように室温、100°C、または200°Cで1時間維持した。そしてこの接着層の初期の接着強度[凝集破壊率]を評価するために、接着層の両側のガラス板を引っ張り試験機により反対方向に50cm/分の速さで引っ張って接着強度(せん断強度)(N/mm²)を測定した。また耐久性試験として、24時間煮沸した後の接着強度、および上記煮沸後に85°Cの温度で85%の相対湿度に保持した恒温槽に500時間放置(高温多湿試験)し、上記と同様に接着強度を測定した。

【0036】[比較例2] 1.33mlのポリジメチルシロキサン(PDMS)、35.6mlのメチルトリエトキシシラン(MT ES)、2.67mlのフェニルトリフルオロシラン(PTFS)を、100mlサンプル管に加え(モル比 8:83:9)、蓋をして室温で5分間攪拌した。混合物を70°Cに加熱し、5.4gの水を加え、30分間激しく攪拌した。反応混合物は最初は2層に分離していたが均一になった。蓋をはずして大気中で1日放置し、溶媒を自然乾燥し、接着剤組成物を得た。この接着剤組成物について上記接着剤組成物(N~U)と同様にして、熱処理中の泡の発生の有無および白濁の有無、体積の収縮、接着強度を測定した。

* 【0037】実施例1~6および比較例1、2についての結果を表3、表4に示す。実施例1~6では、いずれについても熱処理中に泡の発生が認められず、体積の収縮は0.1%未満であってごく小さく、また接着強度については初期および煮沸試験後の値は5N/mm²以上であり、高温多湿試験後の接着強度も4N/mm²以上であって良好であった。接着強度試験後の接着層はガラスとの境界面での破壊は生じず接着層内部に破壊が見られた。それに対して比較例1については、接着強度、特に煮沸試験後、および高温多湿試験後の接着強度が不十分であった。比較例2については、熱処理中に泡が発生し、ガラスの中央から縁部まで連続した気泡が生じた。またガス発生に伴い、体積の収縮が大きく、接着強度も十分ではなかった。接着強度試験後の接着層はガラスとの境界面での破壊は生じていなかったが、接着層内の泡の存在による接着層内部の破壊および接着層自体の破壊が観察された。上記の泡の発生は白濁とともに接着層の光透過性を損じ、接合された光部品の光透過損失の増加の原因となる。また接着層の体積収縮は、接着すべき光部品の相互の距離(例えばレンズと他の光部品との接合の場合焦点がずれる)が変化して、光透過損失の原因となったり、または接着層の内部歪み発生またはクラック発生の原因となり光部品の光学性質を損じやすくなる。

【0038】

【表1】

光部品	屈折率
光ファイバ(コア)	1.45
レンズ(中心部)	1.59
光導波路(コア)	1.52
光フィルタ	1.46

【0039】

【表2】

番号	接着剤類	(A) 成分 (重量%)	(B) 成分 (重量%)	(D) 成分 (重量%)	アルケニル基総数 に対する水素原子個数の比
----	------	-----------------	-----------------	-----------------	--------------------------

実施例

1 N	VPDMS	90	MHS-DMS	7.5	TVTMS	2.5	0.9
2 P	VPDMS	80	MHS-DMS	15	TVTMS	5.0	0.9
3 Q	VDPhS-DMS	90	MHS-DMS	7.5	TVTMS	2.5	1.0
4 R	VPDMS	90	MHS-DMS	7.5	TETMSTS	2.5	0.9
5 S	VPDMS	90	MTFPS	8.0	TMSTS	2.0	1.0
6 T	VDPhS-DMS	90	MHS-DMS	8.0	TAOS	2.0	1.2

比較例

17
1 U VPDMS 98 MHS-DMS 2.0 -- -- 1.1
18

VPDMS: 末端ビニル基メチルシロキサン(粘度:1,000cS、分子量:28,000)
VDPHS-DMS: ビニル末端ジフェニルシロキサンシメチルシロキサンゴリマー(粘度:5,000cS、分子量:35,300)
MHS-DMS: メチルシロキサンシメチルシロキサンゴリマー(粘度:25~35cS、分子量:2,000)
MTFPS: メチルトリフロロブロピルシロキサン(ビメチルシロキサン)ゴリマー(分子量:2,000)
TVTMSTS: 1,3,5,7-テトラビニル-1,3,5,7-テトラメチルシクロテトラシロキサン(分子量:344.66)
TVTMTS: 1,3,5-トリビニル-1,3,5-トリメチルトリシロキサン(分子量:258.50)
TAOS: テトラアリロキジラン(分子量:256.37)
TMSTS: 1,3,5,7-テトラメチルシクロテトラシロキサン(分子量:240.51)
TETMSTS: 1,3,5,7-テトラエチル-2,4,6,8-テトラメチルシクロテトラシロキサン(分子量:348.78)

【0040】

*【表4】

【表3】

番号	接着剤	接屈	接着層	収縮
		折率	外観	率
		泡	白濁	(%)

20

実施例

1	N	1.45	なし	なし	0.1未満
2	P	1.44	なし	なし	0.1未満
3	Q	1.50	なし	なし	0.1未満
4	R	1.44	なし	なし	0.1未満
5	S	1.45	なし	なし	0.1未満
6	T	1.50	なし	なし	0.1未満

比較例

1	U	1.43	なし	なし	0.1未満
2	-	1.43	あり	あり	60

30

【0041】

*

番号	接着剤(1時間)	熱処理温度(℃)	せん断強度(N/mm ²)		
			初期	煮沸試験後	高温多湿試験後

実施例

1-1	N	室温	7	7	7
1-2	N	100	7	7	7
1-3	N	200	7	7	7
2-1	P	室温	6	6	6
2-2	P	100	6	6	6
2-3	P	200	8	8	8
3-1	Q	100	5	5	5
3-2	Q	200	5	5	5
4	R	200	5	5	4
5	S	200	6	5	5
6	T	200	5	5	4

比較例

1	U	200	4	2	2
2	-	-	3	2	2

【0042】

* * 【表5】

実施例番号	第1の光部品	第2の光部品	接着剤	空隙時の出力 (dB·m)	接着硬化後の出力 (dB·m)
7	光ファイバ	光ファイバ	N	11.5	11.2
8	レンズ	レンズ	Q	11.0	10.1
9	レンズ	光ファイバ	Q	11.7	11.3
10	レンズ	光フィルタ	P	20.4	19.2
11	光ファイバ	光導波路	Q	15.1	14.8
12	光ファイバ	光導波路型回折格子	T	15.1	14.8

【0043】

* * 【表6】

番号	第1の部品	第2の部品	接着剤	気密性	
				初期	煮沸試験 (24時間)後

実施例13	レンズ	レンズホルダ	N	○	○
実施例14	レンズ	フェルール	Q	○	○
比較例3	レンズ	レンズホルダ	比較例2	○	△

○: $<1.0 \times 10^{-10} (\text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s})$, △: $<1.0 \times 10^{-7} (\text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s})$

【0044】[実施例7]
(光ファイバー-光ファイバの接合) 図1に示すように、それぞれポリマー被覆層4、コア部2およびクラッド部3を有する第1および第2の2本の前記シングルモードのガラス製光ファイバ(長さそれぞれ約1m)1、21のそれぞれ端部を長さ2cmにわたってポリマー被覆層4を除去し、これらの端部を約25μmの長さのエアーギャップを介して突き合わせて光学ベンチ(図示せず)の上で調芯する。波長が1550nmのレーザ光を第1の光ファイバ1の他の端部から入射させて第1のファイバ内に通し、第2のファイバ21の他の端部から出射させたときの光の損失値が最低になるように、ファイバの配置を調節した。この状態で、接着剤組成物N(5)を2本のファイバの間のエアーギャップの位置に塗布し、ついで室温で2時間静置するか、もしくは、その塗布部分にドライヤーにより110°Cの加熱空気を約5分間当てて加熱硬化した。接着剤塗布前の当初の光損失値と、接着剤組成物の塗布、硬化後の光損失値を測定し、その結果を表5に示す。

【0045】[実施例8]

(レンズ-レンズの接合) 図2に示すように、それぞれポリマー被覆層4、コア部2およびクラッド部3を有す

る第1および第2の2本の前記シングルモードのガラス製光ファイバ(長さそれぞれ約1m、それぞれ一端部のポリマー被覆層4を除去してある)1、21の一端部を2個の前記ガラス製マイクロレンズ6、26(「セルフオックマイクロレンズSMC18」)の各一端に予め接着剤25で接合する。この前記マイクロレンズ6、26の他端部を対向させて光学ベンチ(図示せず)の上で調芯して、1550nmのレーザ光を光ファイバ1の他端から入射させて第1のマイクロレンズ6に通し、約250μmのエアーギャップを介して、第2のマイクロレンズ26を通って光ファイバ21の他端から出射させたときの光損失値が最低になるように、レンズの配置を調節した。この状態で、接着剤組成物Q(5)を2個のレンズ6、26の間に塗布し、室温で2時間もしくは、110°Cの熱風をドライヤーで約5分間当てて加熱硬化した。最初(接着剤塗布前)の光損失値と接着剤の塗布・硬化後の光損失値を測定し、その結果を表5に示す。

【0046】[実施例9]

(レンズ-光ファイバの接合、コリメータモジュールの作製) 図3に示すように、光ファイバ1の一端部をガラス製フェルール7に挿入し、フェルール7端部の凹部において、あらかじめ接着剤Q(25)を用いて光ファイ

21

バと固定した。このファイバ付きフェルールと前記ガラス製マイクロレンズ6を光学ベンチ上で調芯して、1550 nmのレーザ光をフェルールに固定された光ファイバ1の他端部から入射させて、約250 μmのエアーギャップを介して、マイクロレンズ6を通って外部へ出射したときの光損失値が最低になるように、調芯して、レンズ6とフェルール7の間に接着剤組成物Q(5)を塗布し、室温で2時間もしくは、110°Cの熱風をドライヤーで吹き当て加熱硬化し、コリメータモジュールを作製した。最初(接着剤塗布前)の光損失値と接着剤の塗布・硬化後の光損失値を測定し、その結果を表5に示す。

【0047】[実施例10]

(レンズ-フィルタの接合) 上記レンズ-レンズの接合の実施例8において、第1のレンズの代わりに、前記フィルタ8と前記レンズ6をあらかじめ固定したフィルタ付きのレンズを用いたことと、接着剤Qの代わりに接着剤組成物P(5)を使用した以外は実施例8と同様にして、図4に示すようにレンズとフィルタを接合した。接着剤塗布前の光損失値と接着剤の塗布・硬化後の光損失値を測定し、その結果を表5に示す。

【0048】[実施例11]

(ファイバーと光導波路の接合) 図5に示すように、ポリマー被覆層4、コア部2およびクラッド部3を有する前記シングルモードのガラス製光ファイバ(長さそれぞれ約1m)1の端部を長さ2cmにわたってポリマー被覆層4を除去し、接着剤11により導波路のV字溝の上に固定し、その端部を、前記光導波路素子14の光導波路コア9の端部に、約25 μmの長さのエアーギャップを介して突き合わせて調芯する。波長が1550 nmのレーザ光を第1の光ファイバの他の端部から入射させて第1のファイバ内に通し、光導波路のコアの他の端部から出射させたときの光の損失値が最低になるように、光ファイバ1の配置を調節し、接着剤Qを光ファイバ1の端面と光導波路のコア9端面の間のエアーギャップの位置に塗布し、ついで室温で2時間静置するか、もしくは、その塗布部分にドライヤーにより110°Cの加熱空気を約5分間当てて加熱硬化した。接着剤塗布前の当初の光損失値と接着剤組成物の塗布・硬化後の光損失値を測定し、その結果を表5に示す。

【0049】[実施例12]

(ファイバー・光導波路型回折格子の接合) 実施例11で用いた光導波路素子の代わりに前記導波路型回折格子を用い、そして実施例11で用いた接着剤組成物Qの代わりに接着剤組成物Tを用いた以外は実施例11と同様にしてファイバーと光導波路型回折格子の接合を行い、実施例11と同様に測定し、その結果を表5に示す。

【0050】[実施例13]

(レンズ-レンズホルダーの接合) 図6に示すように上記曲面レンズ9を、ステンレス製レンズホルダー(日本

22

板硝子株式会社製「SF20T」)13にはめ込んで曲面レンズの外周部とレンズホルダーの隙間に接着剤組成物N(5)を含浸させて、室温で2時間もしくは、110°Cの熱風をドライヤーで吹き当て加熱硬化させた接着剤でレンズとホルダーを接合した。この接合体について、24時間煮沸する前の気密性(初期気密性)と、煮沸後の気密性を評価した。気密性試験は、レンズホルダーの片側空間を5Pa以下に減圧し、レンズホルダーの他方空間にHeガスを供給し、曲面レンズとレンズホルダーの間の接着層部分を通じて減圧空間に漏れ出るHeガスの量をガス検出器で測定して、その値が 1.0×10^{-10} (Pa·m³/s)未満であれば気密性(ハーメックシール性)優秀(○)、上記値以上で 1.0×10^{-7} (Pa·m³/s)未満であれば気密性良好(△)、 1.0×10^{-7} (Pa·m³/s)以上であれば気密性不良(×)と判定した。その結果は表6に示すように、初期気密性および煮沸後の気密性はともに優秀であった。

【0051】[実施例14]

(レンズ-フェルールによる接合) 実施例8において、レンズ6、26の間に接着剤組成物Qを塗布する代わりに、図7に示すように、レンズ6、26およびステンレス製フェルール12の間の空間に接着剤組成物Q(5)を塗布充填して接合する以外は、実施例8と同様にしてレンズ同士を接合した。この接合体を、実施例13と同様にして、煮沸試験前後で上記気密性試験により評価した。その結果は、表6に示すように、初期気密性および煮沸後の気密性はともに優秀であった。

【0052】[実施例15]

(光ファイバ-レンズ-スリーブによる接合) 前記ガラス製マイクロレンズを石英製の円筒状ホルダーの中にはめこみ、レンズとホルダーの間に接着剤Rを浸透させて、室温で2時間もしくは、110°Cの熱風をドライヤーで吹き当て加熱硬化させる。このホルダー付きレンズの一方端面を研磨して光軸に対する垂直面から8度傾斜する端面を形成し、その端面の上にシリカ薄膜およびチタニア薄膜からなる多重の反射防止膜を形成する。実施例9と同様にして、ファイバ付きフェルールを準備する。このファイバ付きフェルールの端面を上記と同様に傾斜加工し、そしてその上に反射防止膜を形成する。図8に示すように、ステンレス(SUS)製またはジルコニア製の円筒状スリーブ15の中にホルダー13付きレンズ16とファイバ22付きフェルール17を、これらの反射防止膜18、19付き傾斜端面22、23が250 μmの間隔dを隔てて両端面が平行になるように配置して、光学ベンチ(図示せず)上で調芯する。ホルダー付きレンズ16とスリーブ15の間の隙間に接着剤S(27)を毛管現象により浸透させて、室温で2時間もしくは、110°Cの熱風をドライヤーで吹き当て加熱硬化させる。ついでファイバ付きフェルール17とスリーブ15の間の隙間に接着剤S(28)を上記と同様に浸透お

(13)

特開2002-173661

23

より硬化させて、光ファイバとレンズをスリーブを介して接合した。この接合体を、実施例13と同様にして、煮沸試験前後で上記気密性試験により評価した。その結果は、煮沸試験前後とも、Heガス量の値は 1.0×10^{-10} (Pa·m³/s) 未満であり、初期気密性および煮沸後の気密性はともに優秀であった。

【0053】[実施例16]ビニル末端ポリジメチルシリカサン(分子量: 28,000, 粘性1000cS, 以下「DMS-V31」という) 20g, 白金-ジビニルテトラメチルジシロキサン錯体 15mgを攪拌し、均一溶液を得た。この溶液0.8g/c、1,3,5,7-テトラビニル-1,3,5,7-テトラメチルシリコテトラシロキサン 1.8gを加え、攪拌後、ビニル末端ポリジメチルシリカサン(分子量: 49,500, 粘性5000cS) 1.8g, DMS-V31 5.4gを加え攪拌し、主剤とした。上記主剤 0.5gに対し、メチルヒドロシリカサン-ジメチルシリカサンコポリマー 0.2gを添加したもの接着剤とした。

【0054】この接着剤を上述と同様にスライドガラスに塗布し、150°Cにおいて30分加熱することにより、スライドガラス同士の接着を試みたところ、4.7N/mm²の強度が得られた。さらに、プライマーとして、テトラエトキシシラン/ビニルトリエトキシシラン/テトラブトキシチタン/ヘキサン=1/0.5/0.5/10(重量比)の組成からなる溶液をスライドガラスに塗布後、上記接着剤を用いてスライドガラスの接着を行ったところ、強度は5.3N/mm²であり、プライマーなしの場合よりもさらに、強度が上昇した。

【0055】[比較例3]実施例13において使用した接着剤組成物Nの代わりに、比較例2で得られた接着剤組成物を使用して接合する以外は、実施例13と同様にしてレンズとホルダーを接合した。そしてこの接合体を実*

* 施例13と同様にして、煮沸試験前後で上記気密性試験により評価した。その結果は表6に示すように、初期気密性の気密性は優秀であったが、煮沸後の気密性は実施例13よりも劣っていた。

【0056】

【発明の効果】以上のように、本発明によれば、接着硬化過程におけるガス発生および収縮を防止しながら、接着強度に優れ、光透過損失が少なく、耐環境性(耐熱性、耐候性、耐湿性、耐薬品性)に優れた接着剤組成物、およびこれにより光学部品を接合された光学装置が得られる。

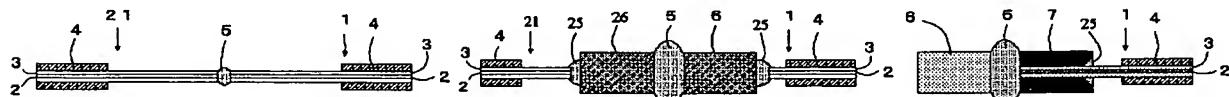
【図面の簡単な説明】

- 【図1】 本発明の1実施例を示す断面図。
- 【図2】 本発明の他の実施例を示す断面図。
- 【図3】 本発明の他の実施例を示す断面図。
- 【図4】 本発明の他の実施例を示す断面図。
- 【図5】 本発明の他の実施例を示す断面図。
- 【図6】 本発明の他の実施例を示す断面図。
- 【図7】 本発明の他の実施例を示す断面図。
- 【図8】 本発明の他の実施例を示す断面図。

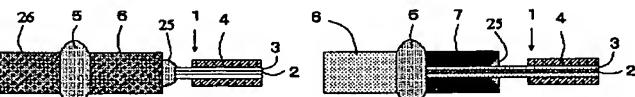
【符号の説明】

- 1、21 光ファイバ
- 2 光ファイバのコア
- 3 光ファイバのクラッド
- 4 ポリマー被覆層
- 5 接着層
- 6、26 レンズ
- 7 フェルール
- 8 フィルタ
- 9 光導波路のクラッド
- 10 光導波路のコア

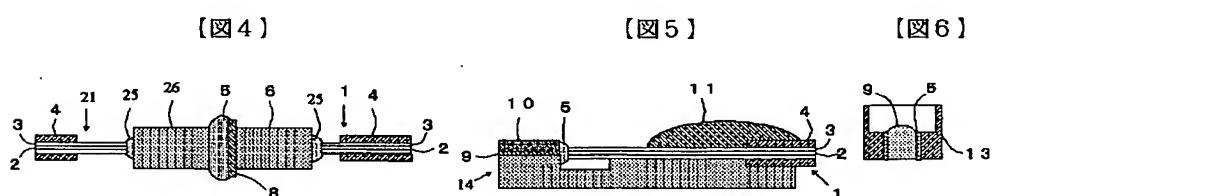
【図1】



【図2】



【図3】

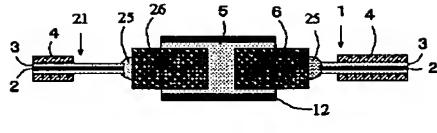


【図4】

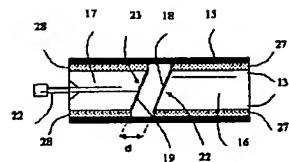
【図5】

【図6】

【図7】



【図8】



フロントページの続き

(51) Int.CI.

G 02 B 6/12
6/255
7/00

識別記号

F I
G 02 B 7/00
6/12
6/24

マーク(参考)

F
Z
3 0 1

(72) 発明者 山本 博章

大阪市中央区道修町3丁目5番11号 日本
板硝子株式会社内

F ターム(参考) 2H036 LA07 MA03 QA23

2H043 AE02
2H047 KB09 LA24 MA05 QA07
2H049 AA02 AA62 AA68
4J040 EK041 EK071 EK091 GA13
GA32 HD30 HD36 HD43 KA14
LA06 LA08 MA01 MA02 MA05
MA10 NA17

【公報種別】公開特許公報の訂正

【部門区分】第3部門第3区分

【発行日】平成14年10月3日(2002.10.3)

【公開番号】特開2002-173661 (P2002-173661A)

【公開日】平成14年6月21日(2002.6.21)

【年通号数】公開特許公報14-1737

【出願番号】特願2001-275920 (P2001-275920)

【訂正要旨】分類誤載につき下記の通り訂正する。

【記】

【国際特許分類第7版】

【誤】

C09J183/07

183/05

183/08

G02B 5/18

6/00 306

6/12

6/255

7/00 F

【正】

C09J183/07

183/05

183/08

G02B 5/18

6/12

6/255

7/00 F

THIS PAGE IS ANK (SPT0)